



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11) **EP 1 053 781 A1**

(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:  
22.11.2000 Bulletin 2000/47

(51) Int Cl. 7: **B01F 17/00**

(21) Numéro de dépôt: **00401297.7**

(22) Date de dépôt: **11.05.2000**

(84) Etats contractants désignés:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE**  
Etats d'extension désignés:  
**AL LT LV MK RO SI**

(30) Priorité: **19.05.1999 FR 9906446**

(71) Demandeur: **INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE  
92852 Rueil-Malmaison Cedex (FR)**

(72) Inventeurs:  
• **Hillion, Gérard  
92500 Herblay (FR)**  
• **Durand, Isabelle  
92500 Rueil-Malmaison (FR)**  
• **Sinquin, Anne  
92000 Nanterre (FR)**  
• **Velly, Marie  
78360 Montesson (FR)**

(54) **Compositions utilisables comme agents de surface émulsifiants et dispersants, leur préparation et leurs utilisations**

(57) Une composition comprenant principalement des composés à fonctions esters et amines sous forme d'ester-amines, ainsi que des sels d'amines, des mono-glycérides et des diglycérides, formés à partir des acides gras monomères, dimères, trimères et/ou tétramères contenus dans une huile polyinsaturée polymérisée peut être obtenue par un procédé qui comprend les étapes suivantes :

a) on dispose de (ou on prépare) une huile polymérisée par polymérisation d'une huile végétale ou

animale polyinsaturée ;

b) on traite éventuellement ladite huile polymérisée par entraînement à la vapeur d'eau ; et

c) on fait réagir l'huile polymérisée avec un excès d'au moins un composé comportant au moins une fonction hydroxyle et au moins une fonction amine tertiaire, en présence ou non de catalyseur.

Cette composition est utilisable comme agent de surface émulsifiant et dispersant, notamment comme additif dispersant d'hydrates dans des effluents pétroliers.

EP 1 053 781 A1

## Description

[0001] L'invention concerne des compositions utilisables comme agents de surface émulsifiants et dispersants, et plus particulièrement comme additifs dispersants d'hydrates dans des effluents pétroliers, et leur préparation.

[0002] Dans la demande de brevet français FR-A-2 768 732, la demanderesse a décrit un procédé pour la fabrication d'une composition consistant en un mélange comprenant au moins des amides, des amines, des ester-amides, des esteramines, des sels d'amines et des monoglycérides, formés à partir des acides gras monomères, dimères, trimères et/ou tétramères contenus dans une huile polyinsaturée polymérisée, ce procédé comprenant la réaction de transamidification et de transestérification d'une huile polyinsaturée polymérisée thermiquement, avec au moins un aminoalcool, utilisé en excès. Pour que la composition finale contienne des composés ester-amides, il était nécessaire de mettre en jeu des aminoalcools dont au moins une fonction amine est primaire ou secondaire. Les aminoalcools susceptibles d'être utilisés étaient alors par exemple la monoéthanolamine, la monopropanolamine, la monoisopropanolamine, le 1-amino-butanol, le 2-amino-1-butanol, la N-méthyléthanolamine, la N-butyléthanolamine, la pentanolamine, l'hexanolamine, la cyclohexanolamine, les polyalcoalamines, ou encore les polyalcoxyglycolamines, ainsi que les polyols aminés tels que la diéthanolamine, la diisopropanolamine, ou le trihydroxyméthylaminométhane. On utilisait de préférence la diéthanolamine.

[0003] La composition obtenue pouvait être utilisée, sans aucune purification, comme agent de surface émulsifiant et dispersant, telle quelle ou après dilution avec divers solvants, comme par exemple des coupes aromatiques, divers alcools ou encore avec certains esters d'acides gras.

[0004] Il était indiqué que les compositions ainsi définies pouvaient trouver un grand nombre d'applications, par exemple comme agents émulsifiants permettant de former des émulsions huile-dans-eau ou eau-dans-huile, selon la nature de l'huile et les proportions respectives des deux constituants (le constituant hydrophile et le constituant hydrophobe). Elles pouvaient encore être utilisées comme agents dispersants de solides ou comme stabilisants de mousses dans un liquide ou dans une émulsion. Une utilisation particulière signalée consistait à former des dispersions stables de glace dans des milieux hydrocarbonés, par exemple dans des condensats légers de pétrole.

[0005] La demande de brevet français FR-A-2 768 637 décrit une autre application particulière des compositions préparées selon le procédé de la demande de brevet français FR-A-2 768 732. Cette application consiste à les utiliser comme additifs dispersants d'hydrates en suspension au sein de fluides comprenant au moins de l'eau, un gaz et un hydrocarbure liquide (dans des

conditions où des hydrates peuvent se former à partir de l'eau et du gaz), de manière à en faciliter le transport.

[0006] On s'est maintenant aperçu que l'efficacité comme additifs dispersants d'hydrates des compositions préparées comme décrit dans la demande de brevet français FR-A-2 768 732 pouvaient varier selon le type d'effluent pétrolier considéré et que, si elle est excellente dans certains effluents, elle peut être moins bonne dans d'autres.

[0007] On a maintenant trouvé d'autres compositions, qui peuvent être avantageusement utilisées comme agents de surface émulsifiants et dispersants et qui présentent, comme additifs dispersants d'hydrates, une efficacité améliorée dans certains effluents pétroliers, dans lesquels les compositions préparées comme décrit dans la demande de brevet français FR-A-2 768 732 pouvaient être moins efficaces.

[0008] De telles compositions peuvent être préparées par mise en jeu d'aminoalcools présentant au moins une fonction amine tertiaire, au lieu d'aminoalcools présentant des fonctions amines primaires ou secondaires. Ces compositions n'incluent pas d'ester-amides.

[0009] Les compositions de l'invention comprennent donc au moins des composés à fonctions esters et amines sous la forme d'ester-amines, ainsi que des sels d'amines et des mono- et diglycérides, ces composés étant formés à partir des acides gras monomères, dimères, trimères et/ou tétramères contenus dans une huile naturelle, végétale ou animale, polyinsaturée polymérisée.

[0010] Elles peuvent être obtenues par un procédé qui comprend les étapes suivantes :

- a) on dispose de (ou on prépare) une huile polymérisée par polymérisation d'une huile végétale ou animale polyinsaturée ;
- b) on traite éventuellement ladite huile polymérisée par entraînement à la vapeur d'eau ; et
- c) on fait réagir l'huile polymérisée avec un excès d'au moins un composé comportant au moins une fonction hydroxyle et au moins une fonction amine tertiaire, en présence ou non de catalyseur.

[0011] Pour préparer les compositions de l'invention, on peut se servir d'une huile polyinsaturée polymérisée du commerce, telle que les produits connus sous les dénominations de « standolie », « stand oils » ou « bodied oils ». Dans ce cas, on effectue directement l'étape (c) du procédé, éventuellement précédée d'une étape telle que (b).

[0012] De manière différente, si dans l'étape (a) on doit préparer l'huile polymérisée, on peut partir de toute huile végétale ou animale présentant un degré de polyinsaturation suffisant pour en permettre la polymérisation par contact des chaînes grasses diéniques ou triéniques entre elles, comme c'est le cas par exemple pour l'acide linoléique et linolénique. On citera comme exemples les huiles de lin, de tournesol, de carthame, de bois

de chine, de pépin de raisin, de soja ou de maïs, ou certaines huiles de poisson, ainsi que toutes autres huiles possédant des teneurs élevées en acide linoléique et/ou linoléique.

[0013] L'huile de lin est préférée dans l'invention. Une composition approximative en acides gras de l'huile de lin est la suivante :

- acide palmitique : 5,5 % en poids
- acide stéarique : 3,5 % en poids
- acide oléique : 19,0 % en poids
- acide linoléique : 14,4 % en poids
- acide linoléique : 57,6 % en poids

[0014] La polymérisation d'une huile polyinsaturée peut être effectuée selon toute méthode appropriée, thermiquement ou par voie catalytique. La polymérisation par voie essentiellement thermique peut être réalisée par simple chauffage à environ 300 °C sous azote. Le temps de chauffage conditionne alors un gradient de viscosité de l'huile polymérisée, qui peut atteindre, après un temps de chauffage par exemple de 20 heures ou plus, une viscosité dynamique de 65 Pa.s à 20 °C.

[0015] La polymérisation peut également être réalisée à 280-290 °C sous pression réduite en présence d'antraquinone ou de benzoquinone (voir Nisshin Oils Mills, Yokohama, Japan, Nagakura and Coll. (1975), 48 (4), 217-22).

[0016] Lorsque l'on prépare l'huile polyinsaturée polymérisée utilisée pour produire les compositions de l'invention, pour réduire la durée de la polymérisation et donc le risque de former des produits de dégradation indésirables, on peut aussi prévoir de catalyser la polymérisation de l'huile polyinsaturée de départ par des métaux, comme par exemple le zinc, le plomb, l'étain ou le cuivre, sous la forme de nitrates, de chlorures ou de stéarates, ou encore le manganèse sous la forme d'oxyde ou d'un sel. A cet égard, on peut citer par exemple le chauffage pendant 6 heures de l'huile de lin avec du nitrate de cuivre (II) en une proportion de 0,5 à 2 % en poids par rapport à l'huile de départ décrit par Sil S. and Koley S. N., Department of Chemical Technology, Univ. of Calcutta (1987) 37(8), 15-22.

[0017] Parmi les catalyseurs métalliques mis en jeu pour diminuer la durée de la réaction, il peut être avantageux d'utiliser un sel ou le dioxyde de manganèse MnO<sub>2</sub>, par exemple en une proportion de 0,5 à 2 % en poids par rapport à l'huile de départ. De tels catalyseurs peuvent en effet être laissés dans le produit final sans que cela entraîne des problèmes de toxicité ou de compatibilité avec les milieux dans lesquels l'additif sera finalement utilisé.

[0018] Dans tous les cas, pour pouvoir être utilisées dans le procédé de fabrication selon l'invention, les huiles polymérisées ont avantageusement une viscosité dynamique à 20 °C de 5 à 65 Pa.s et de préférence de 10 à 20 Pa.s. Elles présentent en général un indice d'acide de 8 à 20.

[0019] On donne ci-après, à titre d'exemple, la composition des oligomères d'acides gras contenus dans une huile de lin polymérisée possédant une viscosité dynamique à 20 °C de 65 Pa.s :

- acides gras monomères : 44,10 % en poids
- acides gras dimères : 32,30 % en poids
- acides gras trimères : 14,50 % en poids
- oligomères supérieurs : 9,10 % en poids

[0020] Ces valeurs ont été obtenues après méthanolyse de l'huile polymérisée et la séparation des esters de méthyle des différents acides gras (monomères, dimères, trimères et oligomères supérieurs) a été réalisée par chromatographie par perméation sur gel (GPC). L'indice d'acide de l'huile polymérisée est égal à 16 mg de KOH/g.

[0021] Le produit de la réaction de polymérisation, après méthanolyse, peut être purifié par distillation afin d'en éliminer la fraction d'esters correspondant aux acides gras monomères. On obtient alors un mélange qui comprend environ 1 % d'acides monomères, environ 75 % d'acides dimères, environ 19 % d'acides trimères et environ 5 % d'oligomères supérieurs.

[0022] Par ailleurs, on s'est aperçu qu'il était possible d'améliorer les propriétés des compositions de l'invention en soumettant l'huile polymérisée, dans une étape (b) facultative effectuée avant la réaction avec l'aminoalcool, à une opération d'entraînement à la vapeur d'eau sèche ayant pour effet une désodorisation de l'huile polymérisée et l'élimination des produits de dégradation qui pourraient être présents dans les huiles polymérisées et poser des problèmes vis-à-vis de certains milieux dans lesquels les compositions finales peuvent être utilisées.

[0023] Pour réaliser ce traitement, on fait passer sur l'huile polymérisée à traiter un courant de vapeur d'eau sèche en une quantité de 5 à 30 % en poids par rapport à l'huile, par exemple à une température de 180 à 250 °C, sous un vide de 7 à 2,5 kPa et pendant une durée de 1 à 5 heures.

[0024] L'étape (c) du procédé de préparation des compositions de l'invention met en oeuvre la réaction de l'huile polymérisée, éventuellement après traitement par entraînement à la vapeur d'eau, avec un excès d'au moins un aminoalcool comprenant au moins une fonction hydroxyle et au moins une fonction amine tertiaire. Comme aminoalcool, on peut utiliser par exemple la triéthanolamine.

[0025] Cette réaction peut être effectuée à une température de 100 à 200 °C et de préférence 110 à 160 °C, de préférence sans catalyseur avec élimination de l'eau au fur et à mesure qu'elle se forme, soit par utilisation d'un tiers solvant pour obtenir un azéotrope, soit par opération sans solvant, mais par élimination de l'eau par distillation sous pression réduite (voir par exemple le brevet US-A-2 089 212 et l'article de Harry Kroll et Herbert Nadeau dans J.A.O.C.S. 34, 323-326, juin

1957). La réaction peut également être catalysée, ce qui diminue sensiblement sa durée. Comme catalyseurs, on utilise généralement des alcoolates alcalins de type méthylate ou éthylate de lithium, sodium ou potassium. Le temps de réaction est alors de 15 à 200 minutes ; de préférence, la réaction est arrêtée après 100 minutes.

[0026] Le rapport molaire de l'aminoalcool sur l'huile polymérisée, ramenée aux moles d'acides gras qu'elle contient, est en général de 1/1 à 2/1, de préférence de l'ordre de 1,5/1.

[0027] Le produit obtenu par le procédé de l'invention consiste en une composition comprenant principalement des composés à fonctions esters et amines, notamment sous forme d'ester-amines, ainsi que des monoglycérides et des diglycérides, formés à partir des acides gras monomères, dimères, trimères et/ou tétramères contenus dans l'huile polyinsaturée polymérisée. Il peut être utilisé directement sans aucune purification, soit tel quel, soit après dilution dans un solvant adapté à l'application émulsifiante choisie. Les solvants compatibles utilisables peuvent être choisis parmi les solvants aromatiques, comme par exemple le toluène ou les xylènes, ou les coupes de solvants aromatiques, les esters de monoalcools de C1 à C8 et du mélange d'acides gras de C6 à C22 dérivant de l'huile de ricin, les esters de monoalcools de C1 à C8 d'acides gras de C6 à C22 hydroxylés obtenus par voie chimique et tous esters produits par l'ouverture de la liaison époxyde d'esters mono- ou polyinsaturés époxydés.

[0028] Les compositions de l'invention trouvent une utilisation particulière comme additifs dispersants d'hydrates dans des effluents pétroliers destinés à réduire la tendance à l'agglomération desdits hydrates. Dans cette utilisation, ces compositions sont ajoutées dans le fluide à traiter à des concentrations allant en général de 0,1 à 5 % en masse, de préférence de 0,2 à 2 % en masse, par rapport à l'eau.

[0029] Les exemples suivants illustrent l'invention. Les Exemples 1, 3 et 4 sont donnés à titre de comparaison.

#### EXEMPLE 1 (comparatif)

[0030] Dans un ballon d'un litre, équipé d'une agitation mécanique et chauffé par l'intermédiaire d'un bain d'huile, on introduit sous atmosphère d'azote 325 g (0,37 mole, comptée en équivalent de triglycérides) d'une huile de lin polymérisée possédant une viscosité dynamique de 10 Pa.s à 20 °C, avec 175g de diéthanolamine (1,66 moles).

[0031] La composition pondérale en acides gras et oligomères d'acides gras de l'huile de lin polymérisée de départ est la suivante :

- acides gras monomères : 48,8 %
- acides gras dimères : 32,4 %
- acides gras trimères : 13,0 %
- oligomères supérieurs : 5,8 %

[0032] Son indice d'acide est égal à 10.

[0033] On chauffe le mélange jusqu'à 160 °C. On introduit une solution méthanolique de méthylate de sodium à 30 % en poids. Après 15 à 20 minutes de réaction à 160 °C, le produit devient homogène et limpide. On maintient cette température de 160 °C pendant 100 minutes avant de refroidir le mélange.

[0034] On dilue le produit dans le ballon de réaction en introduisant 500 g d'un ester méthylique d'huile de ricin.

[0035] Le mélange ainsi obtenu est un liquide jaune, d'une densité à 25 °C de 0,950, d'une viscosité à 20 °C de 212 mPa.s, d'un point éclair supérieur à 60 °C et d'un point d'écoulement inférieur à 20 °C.

#### EXEMPLE 2

[0036] Dans un ballon d'un litre, équipé d'une agitation mécanique et chauffé par l'intermédiaire d'un bain d'huile, on introduit sous atmosphère d'azote 325 g de la même huile de lin polymérisée que celle utilisée dans l'Exemple 1, avec 247 g de triéthanolamine (1,66 moles).

[0037] On chauffe le mélange jusqu'à 160 °C. On introduit une solution méthanolique de méthylate de sodium à 30% en poids. Après 15 à 20 minutes de réaction à 160 °C, le produit devient homogène et limpide. On maintient cette température de 160 °C pendant 100 minutes avant de refroidir le mélange.

[0038] On dilue le produit dans le ballon de réaction en introduisant 572 g d'un ester méthylique d'huile de ricin.

[0039] Le mélange obtenu présente une densité à 25 °C de 0,955, une viscosité dynamique à 20 °C de 237 mPa.s, un point éclair supérieur à 60 °C et un point d'écoulement inférieur à 20 °C.

[0040] Dans les exemples suivants, on teste l'efficacité des produits préparés comme décrit les Exemples 1 et 2 en tant qu'additifs pour disperser les hydrates dans un effluent pétrolier. On a simulé le transport de fluides formant des hydrates, tels que des effluents pétroliers et on a procédé à des essais de formation d'hydrates à partir de gaz, de condensat et d'eau, à l'aide de l'appareillage décrit ci-après.

[0041] L'appareillage comporte une boucle de 10 mètres constituée de tubes de diamètre intérieur égal à 7,7 mm ; un réacteur de 2 litres comprenant une entrée et une sortie pour le gaz, une aspiration et un refoulement pour le mélange : condensat, eau et additif initialement introduit. Le réacteur permet de mettre la boucle sous pression.

[0042] Des tubes de diamètre analogue à ceux de la boucle assurent la circulation des fluides de la boucle au réacteur, et inversement, par l'intermédiaire d'une pompe à engrenages placée entre les deux. Une cellule saphir intégrée dans le circuit permet une visualisation du liquide en circulation, et donc des hydrates, s'ils se sont formés.

[0043] Pour déterminer l'efficacité des additifs selon l'invention, on introduit les fluides (eau, huile, additif) dans le réacteur; l'installation est ensuite portée sous une pression de 70 bar. L'homogénéisation des liquides est assurée par leur circulation dans la boucle et le réacteur, puis uniquement dans la boucle. En suivant les variations de perte de charge et de débit, on impose une rapide diminution de la température, de 17°C à 4 °C (température inférieure à la température de formation des hydrates), celle-ci est ensuite maintenue à cette valeur.

[0044] La durée des tests peut varier de quelques minutes à plusieurs heures: un additif performant permet de maintenir la circulation de la suspension d'hydrates avec une perte de charge et un débit stables.

### EXEMPLE 3 (comparatif)

[0045] Dans cet exemple on opère avec un fluide composé en volume de 10 % d'eau et d'une huile brute.

[0046] La composition pondérale de l'huile brute est la suivante:

- pour les molécules ayant au moins 20 atomes de carbone: 47 % d'hydrocarbures saturés et 14 % d'aromatiques;
- pour les molécules ayant au moins 20 atomes de carbone: 39 % d'un mélange d'hydrocarbures saturés, d'aromatiques, de résines et d'asphaltes.

[0047] Le gaz utilisé comprend en volume 98 % de méthane et 2 % d'éthane. L'expérimentation est conduite sous une pression de 7 MPa, maintenue constante par apport de gaz. Dans ces conditions, on observe la formation d'un bouchon dans le serpentin, quelques minutes après le début de la formation des hydrates (à une température d'environ 10 ± °C): les hydrates forment un bloc et la circulation du fluide devient impossible.

### EXEMPLE 4 (comparatif)

[0048] Dans cet exemple, on opère comme dans l'Exemple 3 comparatif avec le même fluide, le même gaz, et à la même pression, mais on ajoute au fluide en circulation 1 % en masse par rapport à l'eau du produit fabriqué dans l'Exemple 1. Dans ces conditions, on observe une augmentation de la perte de charge lors de la formation des hydrates (à une température d'environ 10°C), suivie de sa diminution et de sa stabilisation pendant plus de 12 heures à une température de 4 °C.

### EXEMPLE 5

[0049] Dans cet exemple, on opère comme dans l'Exemple 3 comparatif, avec le même fluide, le même gaz, et à la même pression, mais on ajoute au fluide en circulation 1 % en masse par rapport à l'eau du produit fabriqué dans l'Exemple 2. Dans ces conditions, on ob-

serve une augmentation de la perte de charge lors de la formation des hydrates (à une température d'environ 10°C), suivie de sa diminution et de sa stabilisation pendant plus de 24 heures à une température de 4 °C.

### Revendications

1. Composition caractérisée en ce qu'elle comprend au moins des composés à fonctions esters et amines sous la forme d'ester-amines, des amines, ainsi que des sels d'amines, des mono- et des diglycérides, formés à partir des acides gras monomères, dimères, trimères et/ou tétramères contenus dans une huile naturelle, végétale ou animale polyinsaturée polymérisée.
2. Composition caractérisée en ce qu'elle est obtenue par un procédé qui comprend les étapes suivantes:
  - a) on dispose de (ou on prépare) une huile polymérisée par polymérisation d'une huile végétale ou animale polyinsaturée;
  - b) éventuellement on traite ladite huile polymérisée par entraînement à la vapeur d'eau; et
  - c) on fait réagir l'huile polymérisée avec un excès d'au moins un composé comportant au moins une fonction hydroxyle et au moins une fonction amine tertiaire, en présence ou non de catalyseur.
3. Composition selon la revendication 1 ou 2 caractérisée en ce que ledit aminoalcool est la triéthanolamine.
4. Procédé de préparation d'une composition selon l'une des revendications 1 à 3 caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes:
  - a) on dispose de (ou on prépare) une huile polymérisée par polymérisation d'une huile végétale ou animale polyinsaturée;
  - b) éventuellement on traite ladite huile polymérisée par entraînement à la vapeur d'eau; et
  - c) on fait réagir l'huile polymérisée avec un excès d'au moins un composé comportant au moins une fonction hydroxyle et au moins une fonction amine tertiaire, en présence ou non de catalyseur.
5. Procédé selon la revendication 4 caractérisé en ce que, dans l'étape (a), l'huile polymérisée est obtenue par polymérisation d'une huile à teneur élevée en acides polyinsaturés et présente une viscosité dynamique de 5 à 65 Pa.s à 20 °C.
6. Procédé selon la revendication 4 ou 5 caractérisé en ce que dans l'étape (a), l'huile polyinsaturée est

polymérisée thermiquement.

l'une des revendications 4 à 16 comme additif dispersant d'hydrates dans des effluents pétroliers.

7. Procédé selon l'une des revendications 4 à 6 caractérisé en ce que, dans l'étape (a), l'huile polyinsaturée est polymérisée par voie catalytique. 5
8. Procédé selon la revendication 7 caractérisé en ce que le catalyseur utilisé est le dioxyde de manganèse. 10
9. Procédé selon l'une des revendications 4 à 8 caractérisé en ce que l'huile de départ est de l'huile de lin. 15
10. Procédé selon la revendication 4 à 9 caractérisé en ce que, dans l'étape (b), on fait passer sur l'huile polymérisée un courant de vapeur d'eau sèche en une quantité de 5 à 30 % en poids par rapport à l'huile, à une température de 180 à 250 °C, sous un vide de 7 à 2,5 kPa et pendant une durée de 1 à 5 heures. 20
11. Procédé selon l'une des revendications 4 à 10 caractérisé en ce que, dans l'étape (c), le rapport molaire de l'ainoalcoool à l'huile polymérisée, ramenée aux moles d'acides gras qu'elle contient, est de 1/1 à 2/1. 25
12. Procédé selon l'une des revendications 4 à 11 caractérisé en ce que l'ainoalcoool utilisé dans l'étape (c) est la triéthanolamine. 30
13. Procédé selon l'une des revendications 4 à 12 caractérisé en ce que le produit de réaction de l'étape (c) est dilué dans un solvant. 35
14. Procédé selon la revendication 13 caractérisé en ce que ledit solvant est choisi parmi les solvants aromatiques, comme par exemple le toluène ou les xylènes, ou les coupes de solvants aromatiques, les esters de monoalcools de C1 à C8 et du mélange d'acides gras de C6 à C22 dérivant de l'huile de ricin, les esters de monoalcools de C1 à C8 d'acides gras de C6 à C22 hydroxylés obtenus par voie chimique et tous esters produits par l'ouverture de la liaison époxyde d'esters mono- ou polyinsaturés époxydés. 40 45
15. Procédé selon l'une des revendications de 4 à 14 caractérisé en ce que, dans l'étape (c), la réaction est achevée après un temps de chauffage de 15 à 200 minutes. 50
16. Procédé selon l'une des revendications 4 à 15 caractérisé en ce que, dans l'étape (c), la température de réaction est de 100 à 200 °C. 55
17. Utilisation d'une composition selon l'une des revendications 1 à 3 ou obtenue par un procédé selon



Office européen  
des brevets

## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande  
EP 00 40 1297

| DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS   |   |   |  |
|---|---|---|--|
| Catégorie   | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes | Revendication concernée   | CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.CL7)       |
| D, A  | FR 2 768 732 A (IFP)<br>26 mars 1999 (1999-03-26)<br>* revendications 1-10 *    |   | B01F17/00                                |
|   |   |   | DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL7) |
|   |   |   | B01F<br>E21B                             |
| Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications  |   |   |  |
| Lieu de la recherche<br>LA HAYE   |   | Date d'achèvement de la recherche<br>5 septembre 2000   | Examineur<br>Fouquier, J-P               |
| CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES   |   | T : théorie ou principe à la base de l'invention<br>E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date<br>D : cité dans la demande<br>L : cité pour d'autres raisons<br>& : membre de la même famille, document correspondant |  |
| X : particulièrement pertinent à lui seul<br>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie<br>A : arrière-plan technologique<br>O : divulgation non-écrite<br>P : document intercalaire |   |   |  |

EPO FORM 1503 (03.92) (Pv/C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.:**

EP 00 40 1297.

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

05-09-2000

| Document brevet cité<br>au rapport de recherche | Date de<br>publication | Membre(s) de la<br>famille de brevet(s) | Date de<br>publication |
|---|------------------------|---|------------------------|
| FR 2768732 A                                    | 26-03-1999             | EP 0905125 A                            | 31-03-1999             |

Four tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82